Environnement Canada    Environment Canada

# Extracteur à grand volume pour le dosage des contaminants organiques dans les Grands Lacs

**M.A. Neilson*, R.J.J. Stevens*, J. Biberhofer*, P.D. Goulden† et D.H.J. Anthony†**

*Direction générale des eaux intérieures
Région de l'Ontario
Direction de la qualité des eaux
Burlington (Ontario)

†Direction générale des eaux intérieures
Institut national de recherche sur les eaux
Centre canadien des eaux intérieures
Burlington (Ontario)

**ÉTUDE N° 157, COLLECTION DES RAPPORTS TECHNIQUES**

***DIRECTION GÉNÉRALE DES EAUX INTÉRIEURES***
***RÉGION DE L'ONTARIO***
***DIRECTION DE LA QUALITÉ DES EAUX***
***BURLINGTON (ONTARIO) 1988***

***(Available in English on request)***

Publié avec l'autorisation
du ministre de l'Environnement

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1988

Nº de cat. En 36-503/157F

ISBN 0-662-94827-0

# Table des matières

| | Page |
|---|---|
| RÉSUMÉ | v |
| ABSTRACT | v |
| SOMMAIRE | vii |
| INTRODUCTION | 1 |
| EXPÉRIENCES | 1 |
| Appareillage | 1 |
| Réactifs | 2 |
| Méthode | 2 |
| ANALYSE DES RÉSULTATS | 6 |
| REMERCIEMENTS | 12 |
| RÉFÉRENCES | 12 |
| ANNEXE A. Récupération (%) des étalons de remplacement par station et par lac | 13 |
| ANNEXE B. Proportions trouvées dans les fractions extraites et comparées par rapport à l'endrine-cétone | 19 |

# Tableaux

| | |
|---|---|
| 1. Dates d'échantillonnage lors des missions pour le dosage des contaminants organiques dans les Grands Lacs | 3 |
| 2. Constituants des étalons de remplacement en solution dans le méthanol | 4 |
| 3. Matières organiques dans les Grands Lacs en 1986: récupération des contaminants contenus dans les étalons de remplacement | 6 |

# Illustrations

| | |
|---|---|
| Figure 1. Schéma de montage de l'appareillage | 2 |
| Figure 2. Extracteur | 2 |
| Figure 3. Ampoule à décantation | 3 |
| Figure 4. Tube de réchauffement de l'eau | 3 |
| Figure 5. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Supérieur en 1986 | 4 |

# Illustrations (suite)


Page

Figure 6. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Huron et la baie Georgienne en 1986. . . . . . . . . . 4
Figure 7. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Érié en 1986. . . . . . . . . . 5
Figure 8. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Ontario en 1986 . . . . . . . . . . 5
Figure 9. Lac Supérieur: échantillons centrifugés et échantillons sans traitement . . . . . . . . . . 7
Figure 10. Lac Huron: échantillons centrifugés et échantillons sans traitement . . . . . . . . . . 8
Figure 11. Baie Georgienne: échantillons centrifugés et échantillons sans traitement . . . . . . . . . . 9
Figure 12. Lac Érié: échantillons centrifugés et échantillons sans traitement . . . . . . . . . . 10
Figure 13. Lac Ontario: échantillons centrifugés et échantillons sans traitement . . . . . . . . . . 11

# Résumé

On décrit la construction et le fonctionnement de deux extracteurs à grand volume, utilisés à bord du *Limnos*. Ils peuvent utiliser jusqu'à 1 $L \cdot min^{-1}$ d'eau pour l'extraction. Ils ont été utilisés pour extraire des échantillons d'eau d'environ 50 L chacun pour l'extraction par du dichlorométhane au cours de missions de surveillance sur les lacs Érié, Huron, Ontario et Supérieur au début de 1986. Des échantillons d'eau non filtrée et d'eau centrifugée ont servi à l'extraction. Les extraits au dichlorométhane ont ensuite été analysés par le Laboratoire national de la qualité des eaux à Burlington (Ontario) pour établir les teneurs en composés organochlorés, en chlorobenzènes, en polychlorobiphényles et en hydrocarbures aromatiques polycycliques. Une solution contenant des étalons simulés était continuellement ajoutée à l'eau, à un débit constant pendant l'extraction. La récupération de ces solutions étalons permet une mesure continuelle de l'efficacité de l'extraction et de la reproductibilité du procédé analytique et confirme la validité des procédés utilisés.



# Abstract

The construction and operation of two large-sample extractors onboard the CSS *Limnos* are described. They can extract water at up to 1 $L \cdot min^{-1}$ and were used to extract water samples of approximately 50-L volume with dichloromethane during the monitoring cruises on lakes Erie, Huron, Ontario and Superior in early 1986. Both whole water and clarified water were extracted. The dichloromethane extracts were later analyzed for organochlorines, chlorobenzenes, polychlorinated biphenyls, and polynuclear aromatics by the National Water Quality Laboratory in Burlington, Ontario. A solution containing surrogate standards was continuously added at a fixed rate into the water being extracted. The recoveries of these surrogates provide a continuous measure of the extraction efficiency and reproducibility of the analytical process, and confirm that the processes used are valid.

# Sommaire

Deux extracteurs à grand volume ont été utilisés à bord du *Limnos* lors des missions de surveillance sur les Grands Lacs en 1986; cet appareillage servait à extraire des échantillons d'eau pour le dosage des contaminants organiques. Les résultats montrent que cette technique s'applique à la recherche de la teneur des contaminants organiques dans les eaux des Grands Lacs.

# Extracteur à grand volume pour le dosage des contaminants organiques dans les Grands Lacs

**M.A. Neilson, R.J.J. Stevens, J. Biberhofer, P.D. Goulden et D.H.J. Anthony**

## INTRODUCTION

On a grand besoin de surveiller la teneur des matières organiques dans les eaux des Grands Lacs. Cependant, les composés en question sont trouvés en faibles concentrations si bien que la méthode usuelle de dosage ainsi que les techniques courantes de prélèvement d'échantillons dans les bouteilles pour analyse ultérieure au laboratoire, ne peuvent pas doser la concentration de la plupart de ces composés organiques. On peut améliorer la sensibilité de cette méthode en prélevant des échantillons à plus grand volume et en procédant à une préconcentration à la station d'échantillonnage. Les méthodes de préconcentration comme l'adsorption sur mousse d'uréthane ou sur des résines et l'extraction aux solvants ont donné des résultats variables.

La Direction de la qualité des eaux, région de l'Ontario, a mis au point un échantillonneur appelé APLE (McCrea et Fischer, 1985) (APLE est l'acronyme de Aqueous Phase Liquid-Liquid Extractor). Cet échantillonneur est équipé d'un baril de 45 gallons pour l'extraction de 200 L d'eau avec 8 L de dichlorométhane. L'appareillage comprend une pompe centrifuge et une tige de pulvérisation du solvant pour l'agitation. Suite à l'utilisation de l'APLE, deux conclusions s'imposent : 1) l'emploi d'un grand volume de l'échantillon permet de concentrer les contaminants organiques et d'en faire le dosage selon la méthode usuelle de dosage; 2) il est possible d'obtenir une extraction presque totale des contaminants organiques en une seule étape.

L'Institut national de recherche sur les eaux à Burlington a récemment mis au point un extracteur à circulation continue avec la collaboration de la Direction de la qualité des eaux. Cet appareil permet de faire sur place l'extraction des contaminants contenus dans des échantillons à très grand volume. Il s'agit essentiellement d'une cuve pour mélange et décantation qui permet l'extraction de l'eau à un débit pouvant atteindre 1 $L \cdot min^{-1}$. L'extraction est complétée sur colonne garnie avec du solvant non contaminé pour compenser la perte de solvant par dissolution dans l'eau effluente. Les caractéristiques techniques de l'appareillage ont été décrites ailleurs (Goulden et Anthony, 1985). Deux prototypes ont été installés à bord du *Limnos* en septembre 1985 pour confirmer l'applicabilité de ce type de matériel aux conditions d'un laboratoire à bord d'un navire et pour déterminer les méthodes convenables de fonctionnement. Deux appareils ont été construits au début de 1986 et ont été utilisés lors des missions de surveillance sur les lacs Érié, Huron, Ontario et Supérieur. Les résultats obtenus montrent que cette technique est efficace et qu'elle semble donner une mesure convenable de la teneur des contaminants organiques dans l'eau des Grand Lacs.

## EXPÉRIENCES

### Appareillage

On trouvera le schéma de montage de l'appareillage à la figure 1. L'équipement pour l'extraction est semblable à celui qui a été décrit ailleurs (Goulden et Anthony, 1985), à ceci près que l'appoint en solvant est fait avec une pompe à débitmètre, que l'ampoule à décantation est d'une conception améliorée, que l'eau prélevée est réchauffée, enfin que les étalons de remplacement sont tous distribués par une pompe à débitmètre. La figure 2 montre l'extracteur en détail. Les figures 3 et 4 donnent les détails de l'ampoule à décantation et du tube de réchauffement de l'eau, respectivement.

Le moteur de l'agitateur est de type RZR50, fabriqué par Caframo à Wiarton en Ontario (CANLAB N° S-7995-100). L'agitateur est du type turbine à quatre pales (CANLAB N° S8185-15), mais dont les extrémités ont été taillées de façon à ce qu'elles passent par le goulot de la cuve de mélange, les pales étant inclinées à 45° environ sur la verticale. L'agitateur est installé sur un pied muni d'une tige de 20 mm de diamètre (CANLAB N° S7996-8). Le reste de l'équipement est suspendu à une tige de 13 mm de diamètre qui est fixée à côté et à environ 70 mm de la première tige. Le bout inférieur de la tige la plus petite est fixé à une ouverture taraudée dans la base du pied. La partie supérieure est retenue par un bloc en aluminium qui sert de cale.

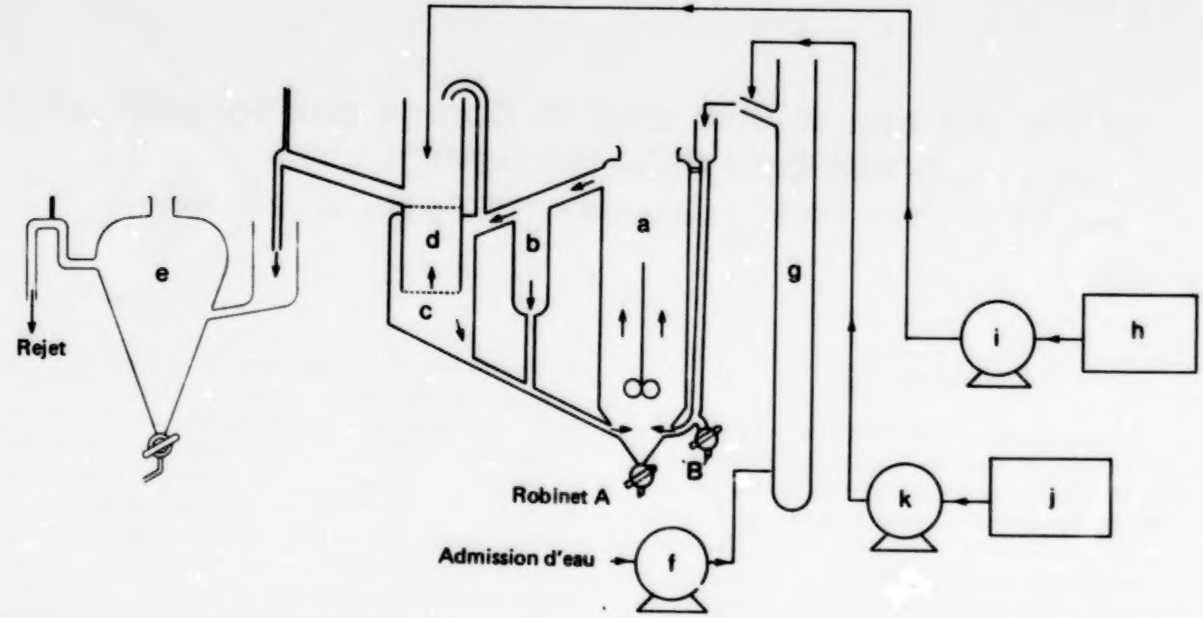



**Figure 1. Schéma de montage de l'appareillage :** *a* **– cuve de mélange;** *b* **– première cuve de décantation;** *c* **– deuxième cuve de décantation;** *d* **– colonne garnie;** *e* **– ampoule à décantation;** *f* **– pompe à débit-eau;** *g* **– tube de réchauffement;** *b* **– bouteille de solvant;** *i* **– pompe d'appoint en solvant;** *j* **– bouteille de l'étalon de remplacement;** *k* **– pompe pour l'étalon d'enrichissement.**

L'extracteur est retenu par deux brides à chaîne (CAN-LAB N° C-6008) fixées à un manchon de tôle à garniture de téflon de 3 mm d'épaisseur et disposé autour de la cuve de mélange. Le reste de la verrerie est supporté par des pinces. L'élément chauffant à immersion Vycor (CAN-LAB N° H-1970-1M) est contrôlé par un rhéostat ajusté de façon à porter l'eau à une température située entre 20 °C et 22 °C avant qu'elle ne pénètre dans la cuve de mélange. Les pompes sont fabriquées par Fluid Metering Inc., Oyster Bay, N.Y. La pompe d'alimentation en eau, la pompe de l'appoint en solvant et la pompe d'enrichissement sont respectivement des modèles RPD-2CSC, RPG-50-2CSC et RPG-6-1CSC. Toutes les tubulures sont en verre ou en téflon et les raccords en acier inoxydable. De petits tubes de verre bouchés à une extrémité sont disposés verticalement à l'entrée et à la sortie de la pompe d'alimentation en eau afin de prévenir les coups de bélier. Le pied est boulonné à une pièce de contre-plaqué, avec les pompes. Le contre-plaqué est lui-même boulonné sur l'établi dans le laboratoire du bateau.

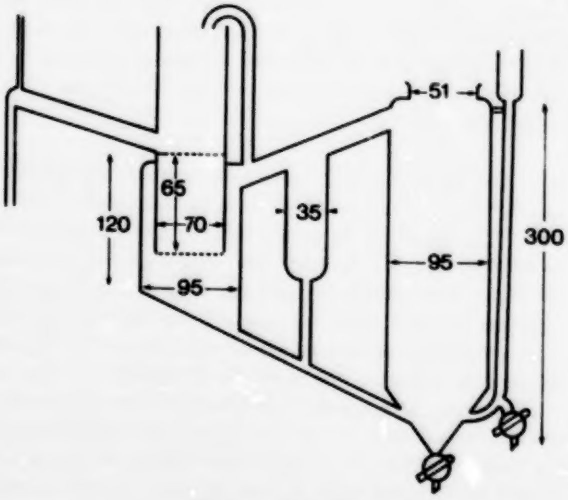



**Figure 2. Extracteur.**

**Réactifs**

L'eau de qualité réactif pour le dosage des blancs a été préparée en faisant passer de l'eau distillée par un système à cartouche Milli Q-2 (Millipore Corp.).

**Méthode**

Les données préliminaires sur les concentrations de contaminants dans l'eau des Grands Lacs (Chan, 1984; Biberhofer et Stevens, 1987; Neilson et coll., 1986) semblent indiquer qu'il faut des échantillons ayant des volumes d'environ 50 L afin d'obtenir des concentrations décelables de contaminants dans les fractions extraites finales. Des

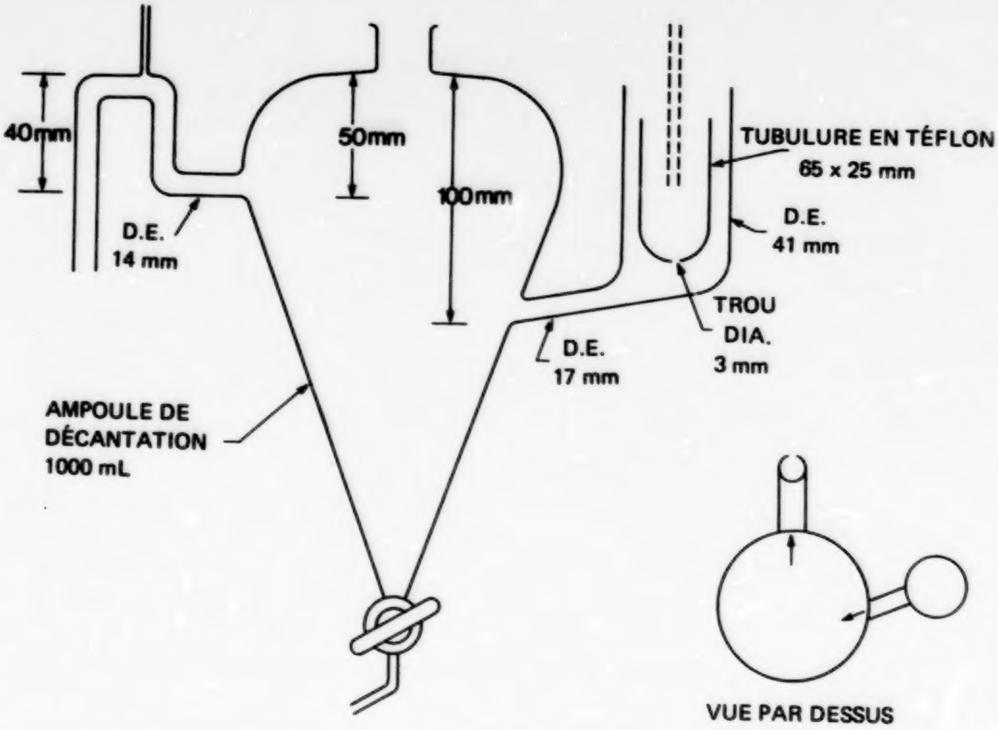



**Figure 3. Ampoule à décantation.**

échantillons de 44 L ont été prélevés dans les lacs Ontario et Érié et des échantillons de 66 L ont été prélevés dans les lacs Huron et Supérieur, conformément au calendrier du tableau 1.

**Tableau 1. Dates d'échantillonnage lors des missions pour le dosage des contaminants organiques dans les Grands Lacs**

| | Période d'échantillonnage |
|---|---|
| Lac Ontario | 86-04-14 à 86-04-18 |
| Lac Érié | 86-04-28 à 86-05-02 |
| Lac Huron - Baie Georgienne | 86-05-05 à 86-05-12 |
| Lac Supérieur | 86-05-12 à 86-05-19 |

Les figures 5 à 8 montrent les stations où les échantillons ont été prélevés. Une pompe submersible March a été utilisée avec des tubulures à revêtement de téflon et à maille d'acier, pour prélever des échantillons dans des bonbonnes de 22 L en verre. Tous les échantillonnages se sont faits, à bord du navire, du côté du vent et à une profondeur de 1 m. Des échantillons centrifugés ont été obtenus grâce à un dispositif semblable, mais cette fois, l'eau prélevée passait par une centrifugeuse Westfalia à un débit de

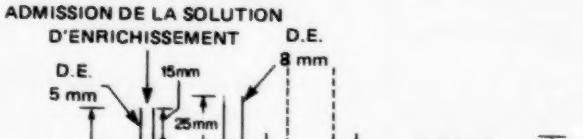



**Figure 4. Tube de réchauffement de l'eau.**

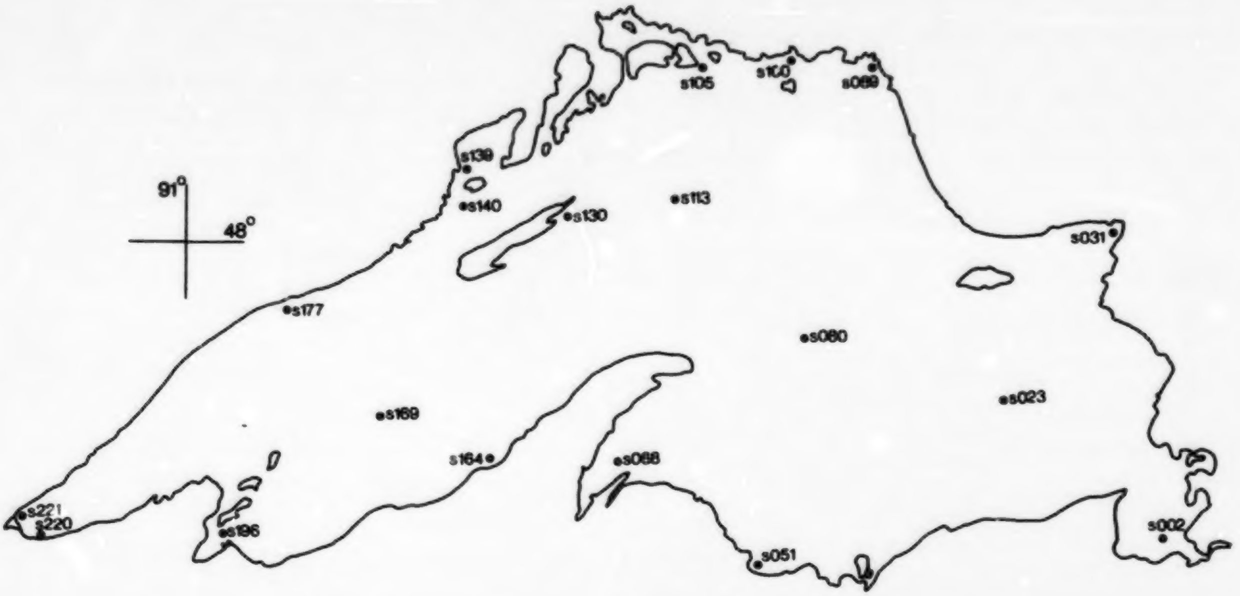



Figure 5. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Supérieur en 1986.

6 L·min⁻¹. Des échantillons, centrifugés ou sans traitement, ont été prélevés aux stations s002 et s031 du lac Supérieur, h029 et h095 du lac Huron, g033 de la baie Georgienne, e221 et e357 du lac Érié, enfin o041 et o081 du lac Ontario.

L'extraction était commencée dès le prélèvement. Au commencement, 200 mL de dichlorométhane distillé sur verre (Burdick et Jackson) étaient pompés dans la cuve de mélange, l'agitateur était lancé et le débit de la pompe à solvant était rétabli de façon à ce que le solvant reste à la même concentration dans le mélange. (À différents moments de l'extraction, l'agitateur était arrêté et la concentration de solvant dans la cuve de mélange était vérifiée). Une tige de verre insérée au bout de la conduite en téflon d'alimentation en eau était plongée dans la bonbonne; la pompe d'alimentation en eau était mise en marche, à un débit de 600 à 1000 mL·min⁻¹ selon l'échantillon. Les étalons de remplacement, décrits au tableau 2, étaient versés en quantité mesurée dans l'échantillon, entre le tube de réchauffement de l'eau et la cuve de mélange, au débit de 1.4 mL·min⁻¹; la durée du passage était enregistrée afin de pouvoir déterminer par la suite le volume d'étalon de remplacement ajouté.

Tableau 2. Constituants des étalons de remplacement en solution dans le méthanol (μg·L⁻¹)

| Paramètre | |
|---|---|
| 1,3-Dibromobenzène (DBB) | 1.028 |
| 1,3,5-Tribromobenzène (TBB) | 0.408 |
| 1,2,4,5-Tétrabromobenzène (TéBB) | 0.442 |
| 2,3,5,6-Tétrachlorobiphényle (TCBP) | 0.446 |
| Endrine-cétone (END-CÉTO) | 0.10 |

Figure 6. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Huron et la baie Georgienne en 1986.

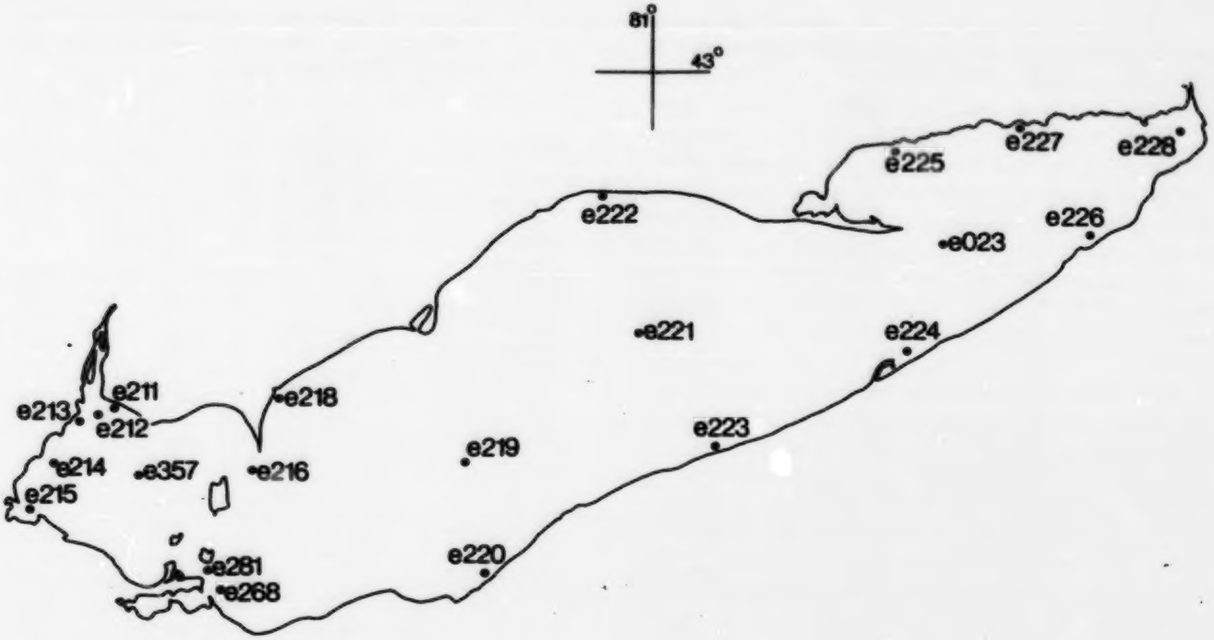



**Figure 7. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Érié en 1986.**

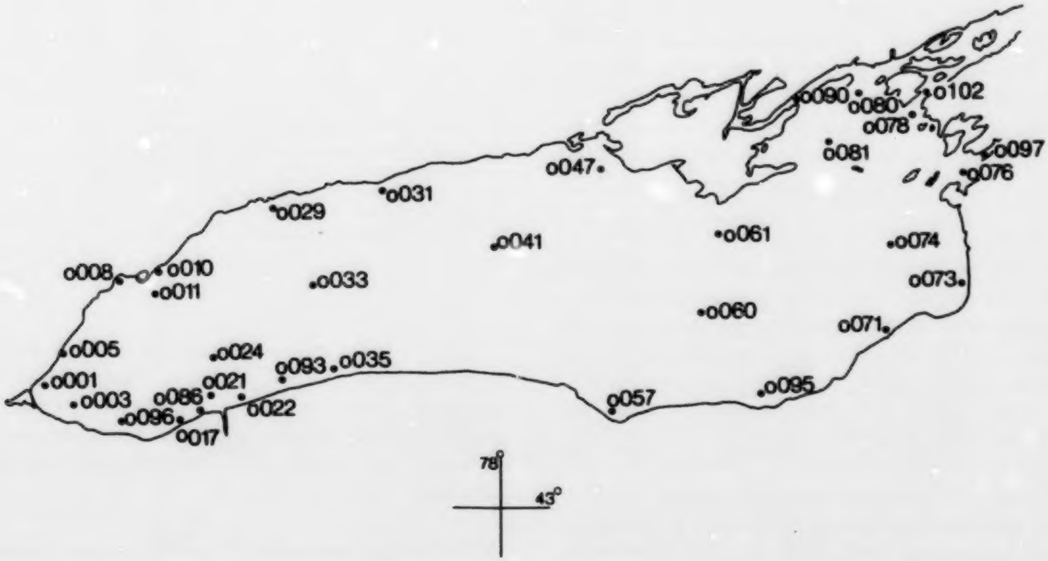



**Figure 8. Stations d'échantillonnage des contaminants organiques du lac Ontario en 1986.**

Alors qu'il restait environ 1 L d'eau échantillonnée dans la dernière bonbonne, le circuit de réchauffement était débranché, la pompe d'alimentation en étalon d'enrichissement était arrêtée et la durée du passage était notée. Après le passage en entier de tout l'échantillon dans l'extracteur, les pompes à eau et à solvant ainsi que l'agitateur étaient arrêtés. Le solvant qui restait au fond de la cuve de mélange était drainé dans une ampoule à décantation en téflon (utilisée pour briser les émulsions). Tout ce qui pouvait rester de solvant dans la colonne garnie a été élué et repris dans la cuve de mélange (d'où cette quantité a été drainée), avec de l'eau provenant du robinet B (figure 2). La fraction extraite au solvant était alors transvasée dans des bouteilles en verre ambré prénettoyées et d'une contenance de 500 mL, qui étaient recouvertes d'un papier d'aluminium rincé au solvant (acétone, éther de pétrole) et fermées d'un bouchon. L'eau retenue dans l'extracteur était drainée dans l'ampoule à décantation de téflon et reprise pour rincer la colonne. Tout ce qui pouvait rester de solvant dans le système était recueilli et vidé dans la bouteille ambrée. Toutes les fractions extraites étaient conservées à 4 °C dans l'obscurité. Des lectures de «blancs» étaient faites sur de grands volumes d'échantillons d'eau de qualité réactif soumise à l'extraction. Les dosages ont eu lieu au Laboratoire national de la qualité des eaux à Burlington en Ontario.

## ANALYSE DES RÉSULTATS

À toutes fins pratiques, l'extracteur a fonctionné sans ennuis, il ne requérait que peu d'attention. Dans les Grands Lacs d'amont, d'où 66 L d'eau étaient prélevés, les passages duraient en moyenne 100 min; cependant, une durée de 40 à 80 min a été notée pour le lac Érié (44 L), Dans certains des secteurs côtiers, moins profonds, l'eau pouvait atteindre 12 °C; dans ces cas, il était facile de porter l'eau échantillonnée à la température de la pièce et le débit pouvait être accru.

Dans cette étude, il ne sera question que de la récupération des constituants dans les étalons de remplacement. Un autre rapport fera l'étude de la récupération des matières organiques trouvées naturellement dans l'eau des Grands Lacs. Le tableau 3 donne un aperçu, par lac de récupération, des constituants des cinq étalons de remplacement. L'annexe A expose le relevé complet des ensembles de données par station et par lac.

Les figures 9 à 13 montrent les résultats de la récupération des constituants dans les étalons de remplacement pour chacune des stations où des échantillons d'eau centrifugée et d'eau sans traitement ont été prélevés en double. Rien n'indique que la précision ou l'exactitude de la récupération ait été modifiée par suite de la centrifugation des échantillons.

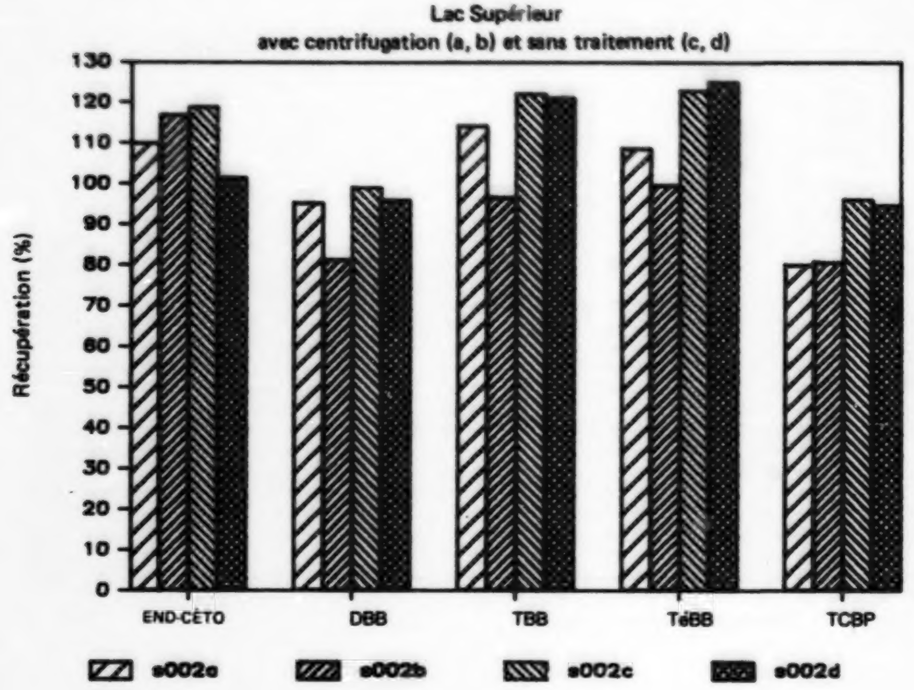
**Tableau 3. Matières organiques dans les Grands Lacs en 1986: récupération des contaminants contenus dans les étalons de remplacement (%)**

| Emplacement | | Paramètres | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | END-CÉTO | DBB | TBB | TéBB | TCBP |
| Lac Supérieur | n | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| | $\bar{x}$ | 102.7 | 93.5 | 116.4 | 116.9 | 97.6 |
| | E.T. | 16.0 | 17.1 | 31.1 | 23.4 | 14.6 |
| | Min. | 75.3 | 67.9 | 81.3 | 85.7 | 74.1 |
| | Max. | 125.5 | 136.4 | 177.6 | 170.9 | 129.8 |
| | C.V. | 15.6 | 18.3 | 26.7 | 20.0 | 15.0 |
| Lac Huron | n | 24 | 24 | 24 | 24 | 24 |
| | $\bar{x}$ | 117.0 | 91.0 | 113.4 | 125.6 | 105.4 |
| | E.T. | 24.6 | 13.1 | 23.0 | 31.5 | 25.1 |
| | Min. | 86.0 | 69.8 | 83.9 | 83.5 | 64.4 |
| | Max. | 168.7 | 115.4 | 164.2 | 185.1 | 149.4 |
| | C.V. | 21.0 | 14.4 | 20.3 | 25.1 | 23.8 |
| Baie Georgienne | n | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| | $\bar{x}$ | 115.4 | 116.6 | 183.8 | 174.2 | 105.1 |
| | E.T. | 23.6 | 16.8 | 34.4 | 32.9 | 25.5 |
| | Min. | 93.7 | 95.3 | 138.4 | 133.2 | 79.8 |
| | Max. | 173.5 | 148.3 | 253.8 | 243.8 | 151.9 |
| | C.V. | 20.5 | 14.4 | 18.7 | 18.9 | 24.2 |
| Lac Érié | n | 27 | 27 | 27 | 27 | 27 |
| | $\bar{x}$ | 95.1 | 82.4 | 91.4 | 106.8 | 103.9 |
| | E.T. | 28.6 | 27.4 | 30.1 | 37.7 | 30.4 |
| | Min. | 46.8 | 34.8 | 37.6 | 39.4 | 44.3 |
| | Max. | 170.6 | 118.7 | 135.7 | 167.3 | 147.7 |
| | C.V. | 30.1 | 33.2 | 33.0 | 35.3 | 29.3 |
| Lac Ontario | n | 37 | 37 | 37 | 37 | 36 |
| | $\bar{x}$ | 91.3 | 90.1 | 98.7 | 107.8 | 110.9 |
| | E.T. | 18.0 | 17.7 | 20.9 | 23.2 | 23.2 |
| | Min. | 50.5 | 28.1 | 28.9 | 31.9 | 35.8 |
| | Max. | 143.0 | 123.8 | 138.1 | 142.9 | 156.0 |
| | C.V. | 19.7 | 19.6 | 21.2 | 21.6 | 20.9 |

n - Nombre d'échantillons.
$\bar{x}$ - Moyenne de récupération (%).
E.T. - Écart type.
Min. - Minimum de récupération (%).
Max. - Maximum de récupération (%).
C.V. - Coefficient de variation.

À l'examen de ces résultats, on voit nettement que l'extracteur a fait une extraction complète des constituants de remplacement ajoutés. De plus, l'analyse des blancs a permis d'établir qu'aucune substance susceptible de causer des interactions n'est introduite en quantité décelable.

Nous pouvons conclure que l'extracteur constitue un moyen valable de préconcentration. Il est à noter que les récupérations obtenues couvrent l'ensemble des opérations, soit l'extraction complète, le nettoyage et l'analyse. Aucun échantillon enrichi n'a été préparé avec le solvant après



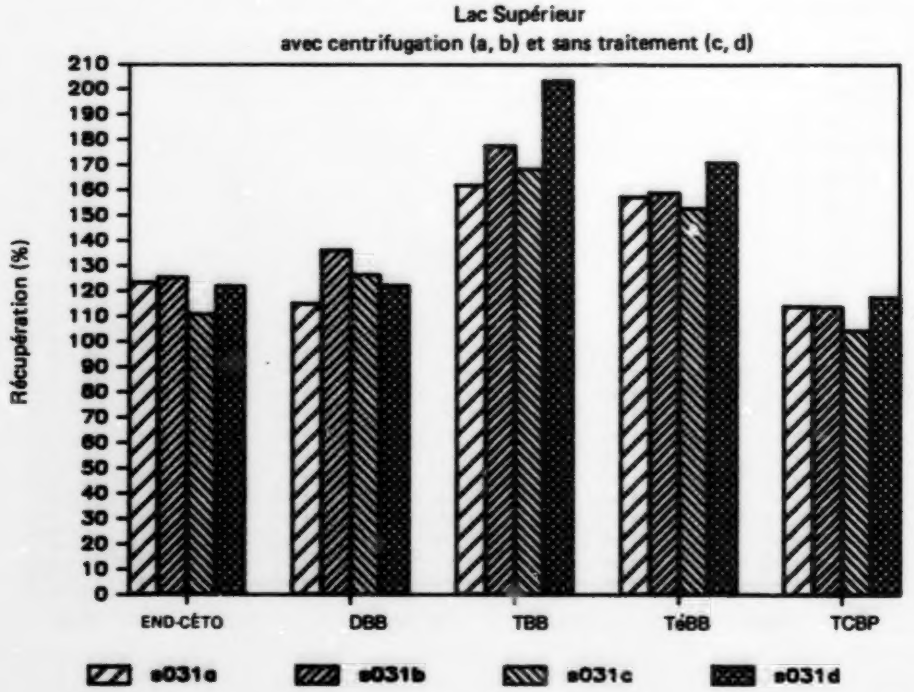




Figure 9. Lac Supérieur : échantillons centrifugés (a, b) et échantillons sans traitement (c, d).

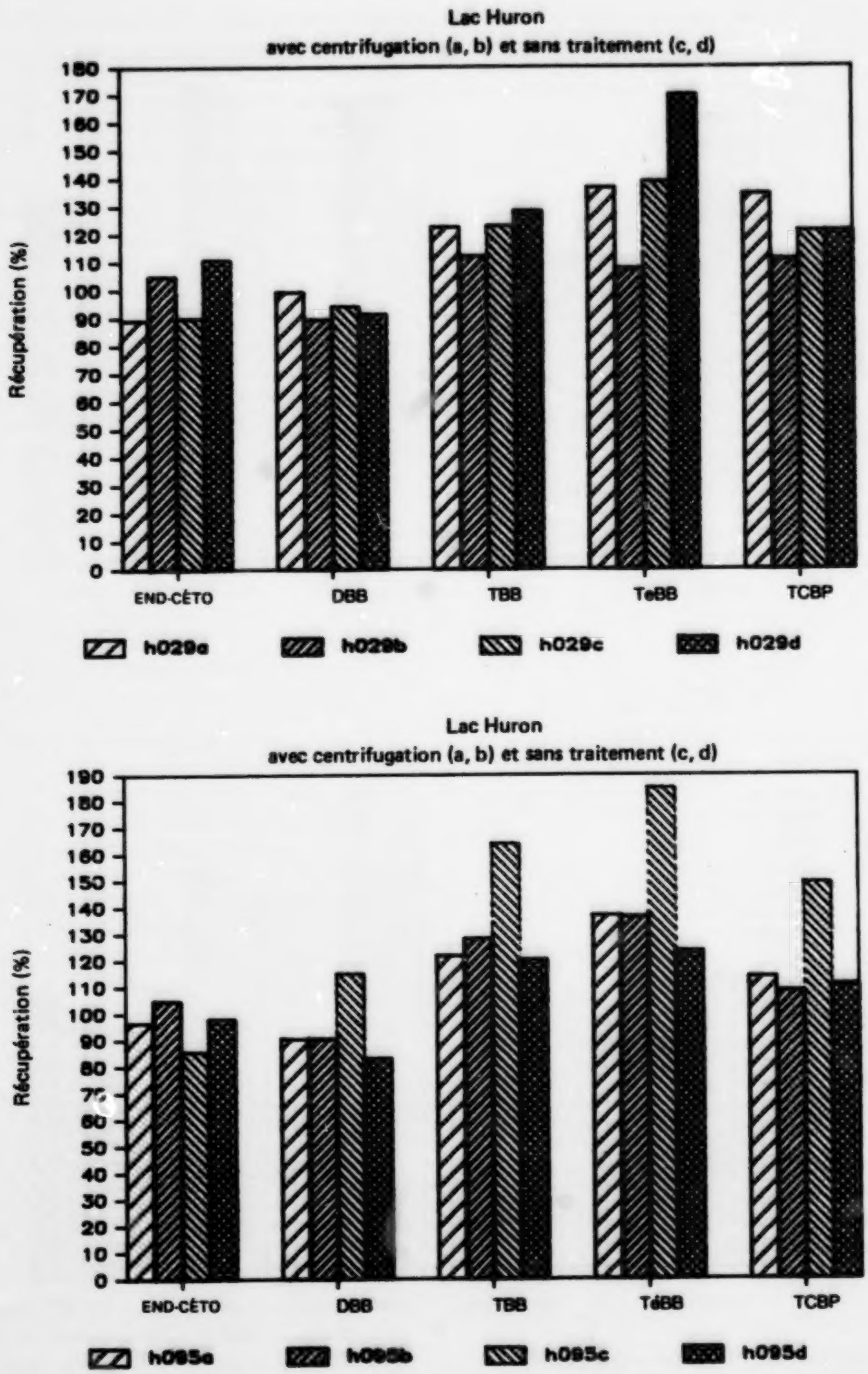



Figure 10. Lac Huron : échantillons centrifugés (a, b) et échantillons sans traitement (c, d).

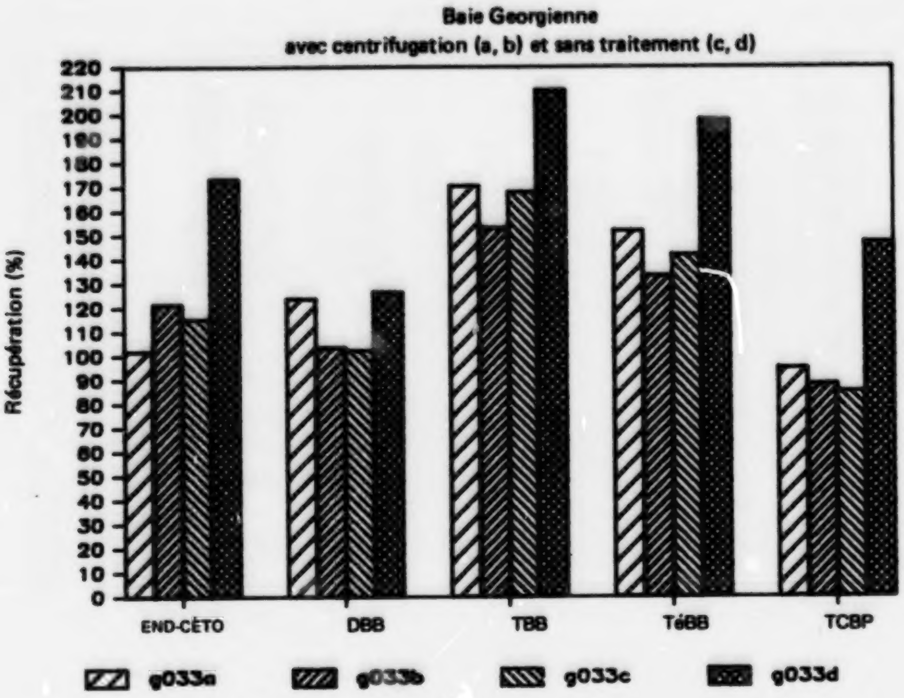
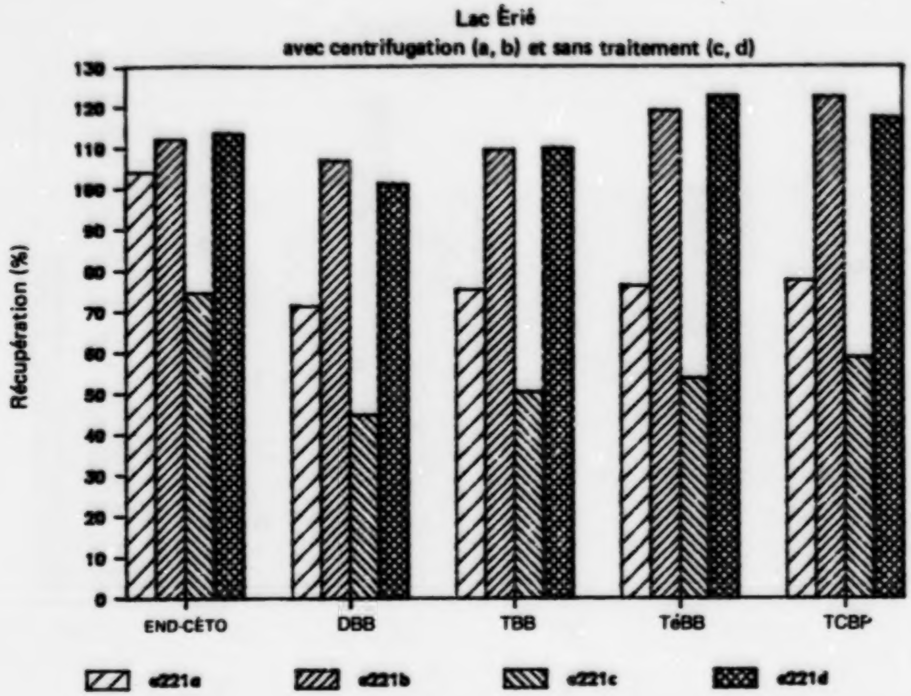



Figure 11. Baie Georgienne : échantillons centrifugés (a, b) et échantillons sans traitement (c, d).



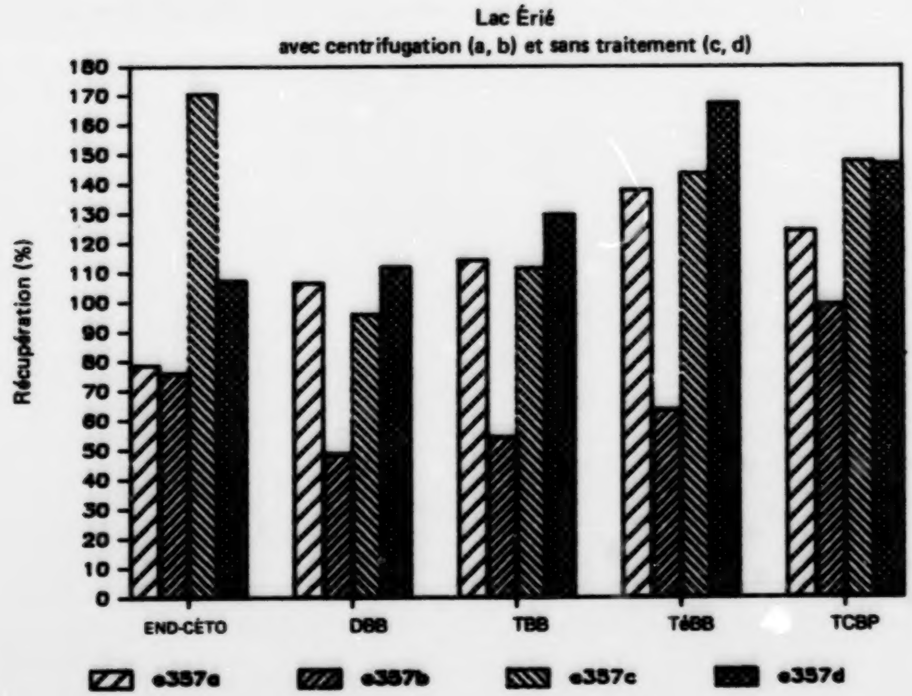
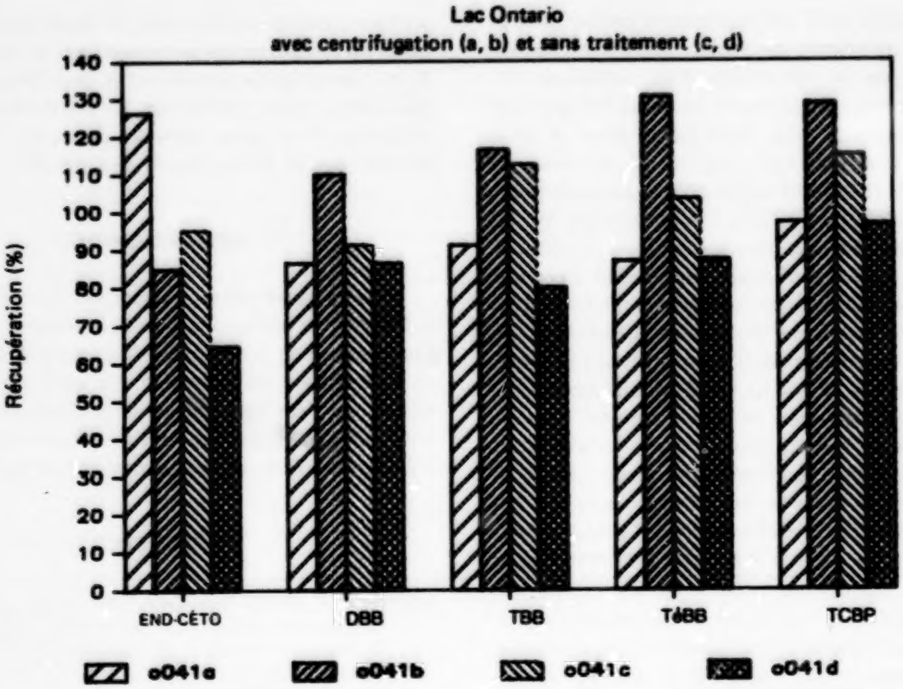




Figure 12. Lac Érié : échantillons centrifugés (a, b) et échantillons sans traitement (c, d).



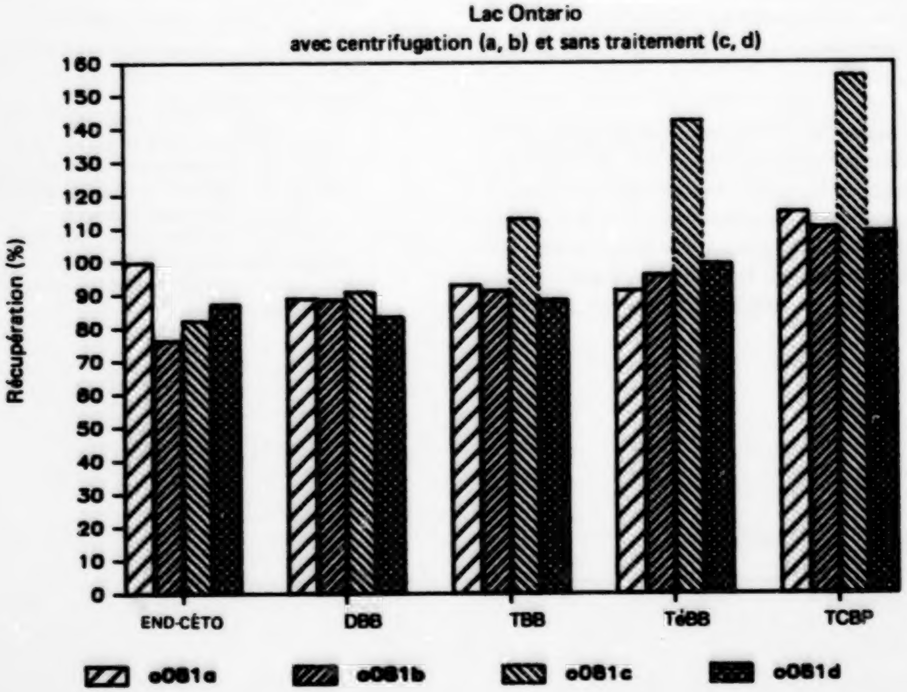




**Figure 13.** Lac Ontario : échantillons centrifugés (a, b) et échantillons sans traitement (c, d).

l'extraction de sorte qu'il est impossible d'évaluer directement l'efficacité de chacune des étapes. Cependant, comme cinq étalons internes ont été utilisés, il est possible de tirer certaines informations sur la source de variabilité par comparaison des proportions des constituants avant et après l'extraction et l'analyse. Les proportions originales de END-CÉTO/DBB/TBB/TéBB/TCBP dans la solution étalon étaient de 1/10, 3/4, 1/4, 4/4, 5. Ces proportions ont été comparées à celles obtenues dans les fractions extraites. Si ces proportions étaient retrouvées, on pourrait alors supposer que la variabilité observée quant à l'efficacité de la récupération dépendait de l'extraction. Cependant, des variations dans ces propositions indiqueraient que les pertes étaient attribuables à l'étape de l'analyse. Les proportions de chacun des constituants retrouvés dans les fractions extraites (annexe B) ont été divisées par la concentration d'endrine-cétone pour permettre une comparaison; le composé d'endrine-cétone a été choisi parce qu'il a donné les récupérations les plus précises. Il semblerait que la variabilité observée quant à l'efficacité de la récupération des constituants de remplacement était attribuable à la méthode d'analyse. Les prochaines utilisations de l'extracteur suivront une méthode d'enrichissement en deux étapes, soit l'enrichissement de l'eau échantillonnée comme c'est actuellement le cas, ainsi que l'utilisation d'un ensemble différent d'étalons qui serviront à enrichir les fractions extraites directement. Ainsi devrait-on départager plus nettement les pertes attribuables à l'extraction de celles attribuables au dosage.

Lors de l'examen de différentes conceptions possibles de l'extracteur pour échantillons à grand volume, il semblait qu'un des avantages de ce type d'équipement à circulation continuelle, c'était qu'il serait assez simple d'y adjoindre un circuit de récupération du solvant transporté avec l'eau rejetée (Goulden et Anthony, 1985). Avec l'installation de ce circuit, l'eau rejetée ne constituerait plus une source de contamination du lac. En outre, la récupération et la recirculation du solvant utilisé se trouveraient à réduire d'environ 75 % la quantité de solvant utilisé pour chaque extraction. Dans cette étude, l'extracteur ne comportait pas ce genre de circuit. Cependant, dans les prochains travaux sur les Grands Lacs, un de ces circuits sera installé.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à exprimer leur reconnaissance à la Division des opérations navales, opérations techniques, au Commandant et à l'équipege du *Limnos*, à Aline Sylvestre de la Direction de la qualité des eaux ainsi qu'à Randy Elliott pour leur participation au prélèvement des échantillons, enfin au laboratoire national de la qualité des eaux et à S. Bachelor pour leur excellent travail et leur dévouement.

## RÉFÉRENCES

Biberhofer, J., et R.J. J. Stevens. 1987. Les contaminants organochlorés dans les eaux du lac Ontario. Étude N° 159, Série Scientifique, Direction générale des eaux intérieures et des terres, Burlington (Ontario).

Chan, C.H. 1984. Organochlorine pesticides and PCB's in open waters of Lake Superior. Direction générale des eaux intérieures. Rapport inédit.

Goulden, P.D., et D.H.J. Anthony. 1985. Design of a large sample extractor for the determination of organics in water. Institut national de recherche sur les eaux, Publication N° 85-121, Burlington (Ontario).

McCrea, R.C., et J.D. Fischer. 1985. Conception et essais d'un extracteur liquide-liquide pour phase aqueuse (APLE) destiné au dosage des contaminants organochlorés. Étude N° 138, Collection des rapports techniques, Direction générale des eaux intérieures, Burlington (Ontario).

Neilson, M.A. R.J.J. Stevens, et J. Biberhofer. 1986. Organochlorines, PCBs and chlorobenzenes in centrifuged Lake Huron water samples. Direction générale des eaux intérieures. Rapport inédit.

# Annexe A

Tableau A-1. Récupération (%) des étalons de remplacement par station et par lac

| stn | end-céto | dbb | tbb | tébb | tcbp |
|---|---|---|---|---|---|
| e023 | 86.6 | 85.4 | 97.7 | 123.4 | 116.3 |
| e211 | 46.8 | 66.7 | 74.7 | 77.4 | 76.4 |
| e212 | 72.7 | 107.2 | 114.0 | 123.3 | 122.2 |
| e213 | 79.8 | 92.3 | 100.6 | 113.9 | 106.1 |
| e214 | 99.8 | 38.1 | 42.8 | 47.5 | 47.1 |
| e215 | 55.6 | 118.7 | 135.7 | 163.2 | 123.4 |
| e216 | 62.4 | 113.7 | 122.7 | 134.4 | 130.3 |
| e218 | 63.8 | 105.5 | 120.1 | 141.7 | 127.6 |
| e219 | 78.1 | 46.0 | 50.7 | 56.7 | 60.5 |
| e220 | 71.4 | 38.7 | 48.0 | 63.2 | 75.6 |
| e221a | 104.2 | 71.6 | 75.6 | 76.6 | 77.9 |
| e221b | 112.3 | 107.1 | 109.7 | 119.4 | 122.6 |
| e221c | 74.7 | 45.0 | 50.6 | 54.0 | 59.1 |
| e221d | 113.7 | 101.3 | 110.1 | 122.9 | 117.6 |
| e222 | 153.1 | 82.3 | 92.6 | 101.9 | 105.8 |
| e223 | 108.1 | 34.8 | 37.6 | 39.4 | 44.3 |
| e224 | 93.0 | 86.2 | 93.2 | 105.2 | 101.4 |
| e225 | 110.0 | 98.8 | 110.1 | 124.8 | 120.7 |
| e226 | 122.1 | 45.1 | 49.2 | 58.9 | 61.4 |
| e227 | 105.6 | 114.1 | 123.2 | 146.3 | 129.3 |
| e228 | 133.0 | 99.7 | 114.4 | 142.2 | 140.4 |
| e268 | 95.4 | 78.2 | 86.5 | 108.9 | 103.8 |
| e281 | 92.5 | 84.5 | 97.0 | 126.6 | 118.8 |
| e357a | 78.8 | 106.6 | 114.3 | 138.0 | 124.2 |
| e357b | 76.0 | 48.9 | 54.4 | 63.6 | 99.1 |
| e357c | 170.6 | 96.0 | 111.5 | 143.6 | 147.7 |
| e357d | 107.4 | 111.9 | 129.7 | 167.3 | 146.8 |
| s002a | 110.0 | 95.3 | 114.2 | 108.6 | 80.0 |
| s002b | 116.9 | 81.2 | 96.6 | 99.6 | 80.6 |
| s002c | 118.9 | 99.0 | 122.1 | 122.9 | 96.2 |
| s002d | 101.5 | 96.0 | 121.1 | 125.0 | 94.7 |
| s031a | 123.5 | 115.2 | 162.1 | 157.5 | 114.2 |
| s031b | 125.5 | 136.4 | 177.6 | 159.0 | 114.0 |
| s031c | 111.0 | 126.7 | 168.6 | 153.1 | 104.8 |
| s031d | 122.1 | 122.4 | 203.3 | 170.9 | 117.6 |
| s089 | 104.3 | 90.5 | 90.0 | 92.0 | 77.9 |
| s100 | 116.8 | 91.4 | 112.6 | 100.8 | 76.2 |
| s105 | 103.8 | 90.7 | 109.5 | 108.9 | 89.9 |
| s113 | 77.0 | 77.7 | 83.4 | 85.7 | 87.7 |
| s130 | 79.7 | 76.2 | 100.7 | 112.5 | 97.3 |
| s139 | 98.6 | 71.4 | 89.4 | 113.2 | 87.4 |
| s140 | 102.2 | 84.0 | 99.8 | 105.3 | 106.1 |
| s177 | 79.7 | 87.9 | 100.1 | 97.3 | 95.8 |
| s221 | 94.1 | 67.9 | 81.3 | 93.1 | 90.7 |
| s220 | 99.2 | 83.8 | 98.5 | 106.0 | 108.3 |
| s196 | 101.2 | 74.0 | 91.0 | 93.4 | 74.1 |
| s169 | 119.8 | 86.4 | 99.6 | 103.3 | 103.8 |
| s164 | 82.7 | 103.4 | 133.6 | 140.4 | 119.5 |
| s080 | 81.7 | 97.3 | 116.4 | 121.4 | 100.9 |
| s068 | 120.7 | 102.9 | 129.4 | 136.7 | 129.8 |
| s051 | 103.6 | 90.5 | 107.3 | 113.1 | 101.2 |

Tableau A-1. (Suite)

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| s023 | 75.3 | 88.7 | 102.4 | 103.2 | 91.7 |
| h001 | 94.2 | 85.9 | 138.6 | 172.6 | 127.7 |
| h009 | 94.9 | 87.0 | 113.6 | 128.9 | 111.9 |
| h017 | 118.7 | 75.8 | 102.4 | 119.2 | 93.8 |
| h101 | 89.3 | 88.2 | 135.5 | 176.4 | 146.5 |
| h095a | 96.8 | 90.7 | 122.0 | 137.2 | 113.9 |
| h095b | 105.1 | 90.8 | 128.4 | 136.6 | 108.6 |
| h095c | 86.0 | 115.4 | 164.2 | 185.1 | 149.4 |
| h095d | 98.3 | 83.4 | 120.5 | 123.7 | 111.0 |
| h029a | 89.5 | 99.5 | 122.7 | 136.8 | 134.6 |
| h029b | 105.2 | 89.8 | 112.2 | 107.8 | 111.1 |
| h029c | 90.3 | 94.5 | 123.2 | 139.0 | 121.3 |
| h029d | 111.1 | 91.6 | 128.5 | 170.1 | 121.2 |
| h040 | 151.4 | 84.8 | 113.0 | 138.9 | 117.3 |
| h036 | 138.7 | 101.0 | 89.3 | 94.3 | 85.9 |
| h054 | 168.7 | 81.4 | 102.3 | 125.1 | 105.1 |
| h063 | 166.2 | 103.1 | 145.9 | 100.2 | 143.4 |
| h064 | 114.3 | 76.8 | 92.3 | 95.2 | 76.7 |
| h065 | 107.0 | 69.8 | 81.5 | 83.5 | 64.4 |
| h067 | 123.7 | 114.2 | 90.4 | 96.7 | 76.7 |
| h076 | 118.9 | 103.3 | 90.1 | 94.1 | 80.0 |
| h077 | 135.5 | 72.0 | 83.9 | 84.8 | 67.9 |
| h084 | 150.9 | 102.6 | 146.6 | 170.5 | 101.1 |
| h071 | 128.5 | 110.5 | 87.6 | 105.7 | 88.2 |
| h069 | 124.8 | 72.4 | 87.5 | 91.7 | 72.7 |
| g033a | 102.2 | 123.8 | 170.7 | 151.9 | 94.9 |
| g033b | 121.6 | 103.7 | 153.3 | 133.2 | 88.3 |
| g033c | 115.6 | 102.5 | 168.1 | 141.9 | 85.1 |
| g033d | 173.5 | 126.5 | 210.4 | 197.9 | 147.1 |
| g009 | 130.6 | 119.5 | 197.3 | 177.4 | 100.6 |
| g001 | 114.5 | 148.3 | 253.8 | 243.8 | 151.9 |
| g004 | 93.7 | 124.7 | 195.5 | 180.7 | 105.5 |
| g027 | 108.8 | 95.3 | 138.4 | 158.0 | 85.3 |
| g029 | 98.6 | 125.1 | 199.3 | 198.1 | 112.3 |
| g042 | 95.3 | 96.4 | 151.3 | 159.1 | 79.8 |
| o001a | 77.8 | 98.2 | 93.4 | 91.9 | 90.8 |
| o003 | 91.3 | 94.8 | 94.4 | 109.1 | 0.0 |
| o005 | 109.9 | 102.9 | 111.1 | 115.6 | 116.6 |
| o008 | 91.8 | 92.0 | 104.5 | 113.5 | 113.1 |
| o010 | 82.9 | 109.1 | 119.9 | 128.4 | 124.1 |
| o011 | 83.6 | 99.8 | 108.5 | 121.8 | 125.3 |
| o017 | 94.1 | 99.4 | 114.9 | 127.9 | 122.1 |
| o021 | 107.4 | 111.0 | 126.6 | 133.0 | 117.6 |
| o022 | 78.2 | 111.4 | 133.0 | 124.4 | 112.1 |
| o024 | 85.8 | 123.8 | 138.1 | 142.9 | 128.2 |
| o029 | 75.9 | 100.4 | 87.7 | 108.2 | 97.1 |
| o031 | 88.1 | 103.2 | 113.8 | 105.1 | 92.8 |
| o035 | 80.4 | 92.3 | 100.8 | 97.1 | 103.7 |
| o041a | 126.5 | 86.5 | 91.2 | 86.9 | 97.1 |
| o041b | 85.1 | 110.2 | 116.5 | 130.6 | 128.7 |
| o041c | 95.4 | 91.5 | 112.6 | 103.5 | 115.1 |
| o041d | 64.8 | 86.6 | 80.1 | 87.4 | 96.6 |
| o047 | 67.9 | 90.5 | 99.0 | 119.4 | 110.8 |

Tableau A-1. (Suite)

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| o057 | 109.1 | 78.3 | 85.6 | 105.3 | 95.3 |
| o060 | 89.3 | 84.0 | 88.7 | 102.8 | 102.6 |
| o061 | 121.8 | 89.2 | 96.1 | 113.4 | 109.3 |
| o071 | 105.9 | 88.6 | 97.2 | 122.6 | 108.5 |
| o073 | 50.5 | 36.3 | 38.7 | 43.1 | 48.0 |
| o074 | 83.1 | 94.4 | 99.3 | 111.5 | 107.6 |
| o076 | 67.1 | 93.4 | 105.8 | 136.3 | 116.5 |
| o078 | 101.4 | 28.1 | 28.9 | 31.9 | 35.8 |
| o080 | 104.7 | 91.1 | 100.7 | 115.3 | 125.1 |
| o081a | 99.9 | 89.0 | 93.0 | 91.3 | 115.0 |
| o081b | 76.4 | 88.7 | 91.3 | 96.0 | 110.3 |
| o081c | 82.5 | 91.1 | 113.1 | 142.4 | 156.0 |
| o081d | 87.4 | 83.5 | 88.5 | 99.4 | 109.0 |
| o086 | 96.6 | 92.0 | 111.3 | 133.7 | 131.8 |
| o090 | 78.8 | 80.7 | 83.0 | 88.2 | 83.7 |
| o093 | 93.6 | 68.3 | 84.2 | 87.9 | 124.3 |
| o095 | 108.6 | 79.2 | 93.4 | 103.4 | 142.8 |
| o096 | 143.0 | 89.2 | 107.7 | 112.2 | 138.7 |
| o102 | 86.8 | 86.0 | 98.9 | 106.2 | 140.9 |

# Annexe B

Tableau B-1. Proportions trouvées dans les fractions extraites et comparées par rapport à l'endrine-cétone

| stn | dbb/ec | tbb/ec | tébb/ec | tcbp/ec |
|---|---|---|---|---|
| e023 | 10.1 | 4.6 | 6.3 | 6.0 |
| e211 | 14.7 | 6.5 | 7.3 | 7.3 |
| e212 | 15.2 | 6.4 | 7.5 | 7.5 |
| e213 | 11.9 | 5.1 | 6.3 | 5.9 |
| e214 | 3.9 | 1.7 | 2.1 | 2.1 |
| e215 | 21.9 | 10.0 | 13.0 | 9.9 |
| e216 | 18.7 | 8.0 | 9.5 | 9.3 |
| e218 | 17.0 | 7.7 | 9.8 | 8.9 |
| e219 | 6.1 | 2.6 | 3.2 | 3.5 |
| e220 | 5.6 | 2.7 | 3.9 | 4.7 |
| e221a | 7.1 | 3.0 | 3.2 | 3.3 |
| e221b | 9.8 | 4.0 | 4.7 | 4.9 |
| e221c | 6.2 | 2.8 | 3.2 | 3.5 |
| e221d | 9.2 | 4.0 | 4.8 | 4.6 |
| e222 | 5.5 | 2.5 | 2.9 | 3.1 |
| e223 | 3.3 | 1.4 | 1.6 | 1.8 |
| e224 | 9.5 | 4.1 | 5.0 | 4.9 |
| e225 | 9.2 | 4.1 | 5.0 | 4.9 |
| e226 | 3.8 | 1.6 | 2.1 | 2.2 |
| e227 | 11.1 | 4.8 | 6.1 | 5.5 |
| e228 | 7.7 | 3.5 | 4.7 | 4.7 |
| e268 | 8.4 | 3.7 | 5.0 | 4.9 |
| e281 | 9.4 | 4.3 | 6.0 | 5.7 |
| e357a | 13.9 | 5.9 | 7.7 | 7.0 |
| e357b | 6.6 | 2.9 | 3.7 | 5.8 |
| e357c | 5.8 | 2.7 | 3.7 | 3.9 |
| e357d | 10.7 | 4.9 | 6.9 | 6.1 |
| | | | | |
| s002a | 8.9 | 4.2 | 4.4 | 3.2 |
| s002b | 7.1 | 3.4 | 3.8 | 3.1 |
| s002c | 8.6 | 4.2 | 4.6 | 3.6 |
| s002d | 9.7 | 4.9 | 5.4 | 4.2 |
| s031a | 9.6 | 5.4 | 5.6 | 4.1 |
| s031b | 11.2 | 5.8 | 5.6 | 4.1 |
| s031c | 11.7 | 6.2 | 6.1 | 4.2 |
| s031d | 10.3 | 6.8 | 6.2 | 4.3 |
| s089 | 8.9 | 3.5 | 3.9 | 3.3 |
| s100 | 8.0 | 3.9 | 3.8 | 2.9 |
| s105 | 9.0 | 4.3 | 4.6 | 3.9 |
| s113 | 10.4 | 4.4 | 4.9 | 5.1 |
| s130 | 9.8 | 5.2 | 6.2 | 5.4 |
| s139 | 7.4 | 3.7 | 5.1 | 4.0 |
| s140 | 8.4 | 4.0 | 4.6 | 4.6 |
| s177 | 11.3 | 5.1 | 5.4 | 5.4 |
| s221 | 7.4 | 3.5 | 4.4 | 4.3 |
| s220 | 8.7 | 4.1 | 4.7 | 4.9 |
| s196 | 7.5 | 3.7 | 4.1 | 3.3 |
| s169 | 7.4 | 3.4 | 3.8 | 3.9 |
| s164 | 12.9 | 6.6 | 7.5 | 6.4 |
| s080 | 12.2 | 5.8 | 6.6 | 5.5 |
| s068 | 8.8 | 4.4 | 5.0 | 4.8 |
| s051 | 9.0 | 4.2 | 4.8 | 4.4 |

Tableau B-1. (Suite)

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| s023 | 12.1 | 5.5 | 6.1 | 5.4 |
| | | | | |
| h001 | 9.4 | 6.0 | 8.1 | 6.0 |
| h009 | 9.4 | 4.9 | 6.0 | 5.3 |
| h017 | 6.6 | 3.5 | 4.4 | 3.5 |
| h101 | 10.2 | 6.2 | 8.7 | 7.3 |
| h095a | 9.6 | 5.1 | 6.3 | 5.2 |
| h095b | 8.9 | 5.0 | 5.7 | 4.6 |
| h095c | 13.8 | 7.8 | 9.5 | 7.7 |
| h095d | 8.7 | 5.0 | 5.6 | 5.0 |
| h029a | 11.4 | 5.6 | 6.8 | 6.7 |
| h029b | 8.8 | 4.4 | 4.5 | 4.7 |
| h029c | 10.8 | 5.6 | 6.8 | 6.0 |
| h029d | 8.5 | 4.7 | 6.8 | 4.9 |
| h040 | 5.8 | 3.0 | 4.1 | 3.5 |
| h036 | 7.5 | 2.6 | 3.0 | 2.8 |
| h054 | 5.0 | 2.5 | 3.3 | 2.8 |
| h063 | 6.4 | 3.6 | 2.7 | 3.8 |
| h064 | 6.9 | 3.3 | 3.7 | 3.0 |
| h065 | 6.7 | 3.1 | 3.4 | 2.7 |
| h067 | 9.5 | 3.0 | 3.5 | 2.8 |
| h076 | 8.9 | 3.1 | 3.5 | 3.0 |
| h077 | 5.5 | 2.5 | 2.8 | 2.2 |
| h084 | 7.0 | 4.0 | 5.0 | 3.0 |
| h071 | 8.8 | 2.8 | 3.6 | 3.1 |
| h069 | 6.0 | 2.9 | 3.2 | 2.6 |
| | | | | |
| g033a | 12.5 | 6.8 | 6.6 | 4.1 |
| g033b | 8.8 | 5.1 | 4.8 | 3.2 |
| g033c | 9.1 | 5.9 | 5.4 | 3.3 |
| g033d | 7.5 | 4.9 | 5.0 | 3.8 |
| g009 | 9.4 | 6.2 | 6.0 | 3.4 |
| g001 | 13.3 | 9.0 | 9.4 | 5.9 |
| g004 | 13.7 | 8.5 | 8.5 | 5.0 |
| g027 | 9.0 | 5.2 | 6.4 | 3.5 |
| g029 | 13.0 | 8.2 | 8.9 | 5.1 |
| g042 | 10.4 | 6.5 | 7.4 | 3.7 |
| | | | | |
| o001a | 13.0 | 4.9 | 5.2 | 5.2 |
| o003 | 10.7 | 4.2 | 5.3 | - |
| o005 | 9.6 | 4.1 | 4.6 | 4.7 |
| o008 | 10.3 | 4.6 | 5.5 | 5.5 |
| o010 | 13.5 | 5.9 | 6.8 | 6.7 |
| o011 | 12.3 | 5.3 | 6.4 | 6.7 |
| o017 | 10.9 | 5.0 | 6.0 | 5.8 |
| o021 | 10.6 | 4.8 | 5.5 | 4.9 |
| o022 | 14.6 | 6.9 | 7.0 | 6.4 |
| o024 | 14.8 | 6.6 | 7.4 | 6.7 |
| o029 | 13.6 | 4.7 | 6.3 | 5.7 |
| o031 | 12.0 | 5.3 | 5.3 | 4.7 |
| o035 | 11.8 | 5.1 | 5.3 | 5.8 |
| o041a | 7.0 | 2.9 | 3.0 | 3.4 |
| o041b | 13.3 | 5.6 | 6.8 | 6.7 |
| o041c | 9.9 | 4.8 | 4.8 | 5.4 |
| o041d | 13.7 | 5.0 | 6.0 | 6.6 |
| o047 | 13.7 | 5.9 | 7.8 | 7.3 |

Tableau B-1. (Suite)

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| o057 | 7.4 | 3.2 | 4.3 | 3.9 |
| o060 | 9.7 | 4.1 | 5.1 | 5.1 |
| o061 | 7.5 | 3.2 | 4.1 | 4.0 |
| o071 | 8.6 | 3.7 | 5.1 | 4.6 |
| o073 | 7.4 | 3.1 | 3.8 | 4.2 |
| o074 | 11.7 | 4.9 | 5.9 | 5.8 |
| o076 | 14.3 | 6.4 | 9.0 | 7.7 |
| o078 | 2.8 | 1.2 | 1.4 | 1.6 |
| o080 | 8.9 | 3.9 | 4.9 | 5.3 |
| o081a | 9.2 | 3.8 | 4.0 | 5.1 |
| o081b | 11.9 | 4.9 | 5.6 | 6.4 |
| o081c | 11.4 | 5.6 | 7.6 | 8.4 |
| o081d | 9.8 | 4.1 | 5.0 | 5.6 |
| o086 | 9.8 | 4.7 | 6.1 | 6.1 |
| o090 | 10.5 | 4.3 | 4.9 | 4.7 |
| o093 | 7.5 | 3.7 | 4.2 | 5.9 |
| o095 | 7.5 | 3.5 | 4.2 | 5.9 |
| o096 | 6.4 | 3.1 | 3.5 | 4.3 |
| o102 | 10.2 | 4.7 | 5.4 | 7.2 |